

# 使用 Agilent 4200 MP-AES 分析生活污水

## 应用简报

环境

### 作者

Neli Drvodelic

安捷伦科技公司  
澳大利亚墨尔本



### 前言

对生活污泥处理方法的管理是一项重要活动，在许多国家/地区都受到严格监管。经过处理后，污泥中的废液被舍弃，留下的是水、有机固体和化合物、营养元素、重金属和无机离子的混合物。污泥可经进一步处理形成生物固体，这种固体可施撒到土地中作为肥料，或运走进行填埋或焚烧。为了保护公共健康和环境，有必要对污泥或生物固体进行检测并判断其是否符合监管浓度要求。

40 CFR Part 503 中包括美国联邦生物固体法规。几个欧盟的成员国内都制定并实施了更严格的重金属限值，同时对其他污染物提出了要求，因此预计欧盟污泥指令 86/278/EEC 将会进行修订。

在本研究中，将生活污水进行微波消解后，使用 Agilent 4200 MP-AES 检测其中的常量和微量元素。

MP-AES 是一种基于多元素的快速连续分析技术，以微波诱导氮气型等离子体激发样品。MP-AES 无需使用昂贵且危险的气体（如乙炔），提高了实验室的安全性，即使过夜运行也可实现无人值守操作。Agilent SPS 4 大容量自动进样器可以进一步提高样品通量。

配备 MP Expert 软件的 4200 MP-AES 可使用大量自动化参数，包括预设方法、自动优化、建议波长以及背景校正。这款仪器拥有简单而强大的用户界面以及耐用的矩管载架，可自动定位矩管并进行气体连接，实现快速启动并获得可重现的结果。

本应用简报描述介绍了 Agilent 4200 MP-AES 分析生活污水污泥标准参比物质 (SRM) 中 Zn、Mn、Cr、Ca、Fe、Cu 和 Mg 元素所用的样品前处理步骤和分析方法。

## 实验部分

### 仪器

所有检测均使用配备 OneNeb 雾化器、双通道玻璃旋流雾化室和易安装矩管的 Agilent 4200 MP-AES 执行。氮气可通过瓶装气体、杜瓦瓶或 Agilent 4107 氮气发生器（空气由空气压缩机提供）供应。本应用中使用的是杜瓦瓶提供的氮气。Agilent SPS 4 自动进样器将样品引入仪器，可实现系统无人操作运行。该方法的参数见表 1。

表 1. MP-AES 方法参数

仪器参数	设置
雾化器	OneNeb
雾化气流速	已优化
雾化室	双通道旋流玻璃
泵速	15 rpm
样品泵管	橙色/绿色
废液泵管	蓝色/蓝色
读取时间 (s)	3
重复次数	3
提升期间快速泵入	打开
样品提升延迟 (s)	50
冲洗时间 (s)	45
稳定时间 (s)	10
背景校正	自动
气源	杜瓦瓶氮气

### 样品和样品前处理

使用生活污水 SRM (SRM<sup>®</sup>- 2781, NIST, Gaithersburg, MD, US) 验证方法准确度。准确称量约 0.5 g SRM 样品于微波管中，然后加入 6 mL HNO<sub>3</sub> 和 2 mL H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>。在 UltraWAVE 单个反应室微波消解系统中进行酸消解。加热条件见表 2。冷却后，将消解溶液定量转移至一个容量瓶中，用 18.2 MΩ 去离子水定容至 50 mL。最终酸浓度为 12% HNO<sub>3</sub>。

表 2. 微波消解参数

参数	设置
程序升温时间 (min)	10
温度 (°C)	150
保持时间 (min)	5
程序升温时间 (min)	10
温度 (°C)	230
保持时间 (min)	10
总时间 (min)	30

## 校准标样

采用单元素贮备液（安捷伦科技公司）配制多元素校准标样。采用一组多元素标样进行校准。所有工作标样均用 12% HNO<sub>3</sub> 和 HCl 配制。无需添加改性剂或电离缓冲液。

## 波长选择与校准范围

波长选择与雾化气流速的详细信息见表 3。MP-AES 具有连续的波长覆盖范围，Mp Expert 软件包括全面的波长数据库，用户可根据分析需要的浓度范围选择合适的波长。例如，本应用选择的是灵敏度较低的 Mg 383.829 nm，而非灵敏度较高的 Mg 285 nm，因为前者的动态范围较大，能够满足本应用的检测限要求，且不受光谱干扰。

表 3. 元素、波长和雾化气流速

元素	波长 (nm)	雾化气流速 (L/min)
Zn	213.857	0.45
Mn	403.449	0.9
Cr	425.433	0.9
Ca	445.478	0.5
Fe	373.486	0.5
Cu	324.754	0.7
Mg	383.829	0.9

## 结果与讨论

### 校准

除最大程度减小光谱干扰外，选中所有波长的目的是提供最宽的动态范围。采用三点校准法对每种元素进行了校准。所有的校准曲线均呈线性，呈合理拟合的 Ca 455.478 nm 除外。曲线的相关系数均大于 0.999，每个校准点的校准误差均小于 10%。Mg 383.829 nm 的校准曲线（图 1）是个典型的例子，在整个校准范围内表现出良好的线性。

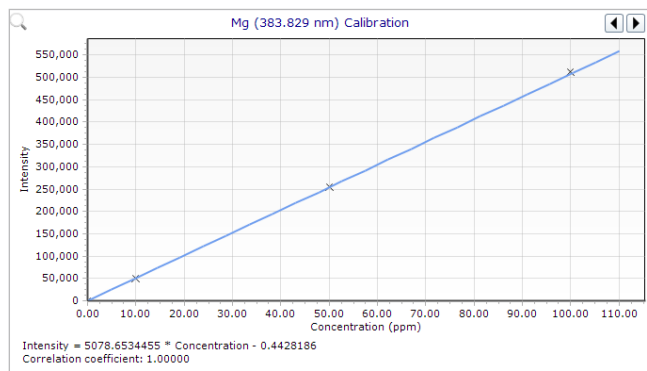


图 1. Mg 383.829 nm 的校准曲线

表 4 总结了所有 7 种元素的校准样标浓度范围和相关系数。MP-AES 的工作范围远大于 FAAS，因此在测量所有目标元素时均不需进一步稀释样品消解物。减少样品的稀释步骤可以提高效率，并降低样品受到污染的风险。

表 4. 校准标样浓度范围和相关系数

元素/波长 (nm)	标样浓度范围 (mg/L)	线性相关系数 - r
Zn 213.857	0-10	0.99987
Mn 403.449	0-10	0.99994
Cr 425.433	0-10	0.99964
Ca 445.478	0-250	0.99999
Fe 373.486	0-250	0.99988
Cu 324.754	0-100	0.99998
Mg 383.829	0-100	1.00000

### 样品分析

生活污水 SRM 的回收率基于每份分析物单独 3 次重复消解后测定的平均值。每种分析物计算出的平均浓度、标准误差 (SD) 和回收率如表 5 所示。本方法所得的结果与 SRM 的值 (96%-103%) 一致性良好，使本方法得到验证。

表 5. MP-AES 测得的 NIST 2781 生活污水 SRM 中元素的回收率。将结果与参比浸出值进行比较

元素/波长 (nm)	样品中的实测浓度 (mg/L)	SD	可浸出的质量分数 (mg/kg)	样品回收率 (%)
Zn 213.857	1132.8	94.6	1120	101.1
Mn 403.449	768.3	21.7	745	103.1
Cr 425.433	142.9	3.68	143	99.9
Ca 445.478	35145.3	716.5	36440	96.4
Fe 373.486	25108.0	232.6	24300	103.3
Cu 324.754	599.1	15.3	601	99.7
Mg 383.829	4842.0	252.6	4850	99.8

### 方法检测限

通过基质空白溶液 10 次重复测量的 3σ 值确定方法检测限 (MDL)，然后乘以稀释倍数计算得到原始样品的 MDL。这类 MDL 通过常规样品分析适用的方法条件得到，而非使用高度优化的条件得到。因此，它们并非最佳检测限，但满足方法的要求绰绰有余。结果见表 6 所示。

表 6. 原始样品的方法检测限 (mg/kg)

元素	波长 (nm)	MDL (mg/kg)
Zn	213.857	0.25
Mn	403.449	0.03
Cr	425.433	0.03
Ca	445.478	1.03
Fe	373.486	0.88
Cu	324.754	0.43
Mg	383.829	0.20

### 长期稳定性

在 12 个小时的连续测量中，每隔 10 个样品进行一次生活污水 SRM 的分析。如图 2 所示，在这段时间内得到了良好的稳定性。多数元素的平均回收率都在 ±2% 以内。整个 12 小时的长期检测精密度小于 2% RSD (表 7)，表明 4200 MP-AES 适用于生活污水样品中金属元素的常规测量。

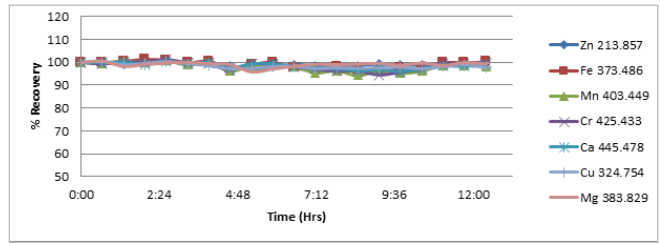


图 2. 长期稳定性曲线。生活污水 SRM 超过 12 个小时的连续分析 < 2.0% RSD

表 7. 生活污水 SRM 12 个小时连续测量的长期精密度和平均回收率

元素/波长 (nm)	%RSD	平均回收率 (%)
Zn 213.857	0.8	99.2
Mn 403.449	2.0	98.0
Cr 425.433	1.9	98.4
Ca 445.478	1.4	98.5
Fe 373.486	1.7	98.9
Cu 324.754	1.1	98.4
Mg 383.829	1.1	99.0

### 4200 MP-AES 利于节省成本

图 3 中的示例说明，与运行火焰原子吸收光谱仪相比，MP-AES 可降低运行成本，从而节省实验室运营成本。

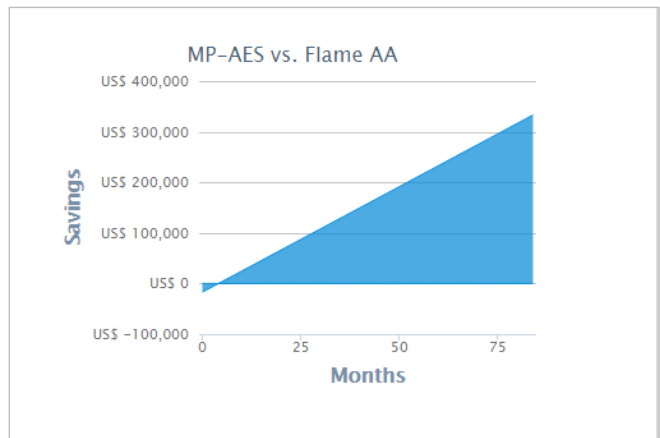


图 3. 随着时间的推移，MP-AES 与 FAAS 相比节省的成本\*

\* 本示例旨在帮您对比 MP-AES 与火焰原子吸收光谱的运行成本和成本节省。我们对采用的公式和参数都进行了最大限度的优化，但我们并不能保证结果的准确性。节省的费用与当地瓶装气体的价格以及电价、操作者成本以及检测元素的数量和类型等因素有关  
在本研究计算中，操作人员的人工成本设为 25 美元/小时，电费设为 0.2 美元/kW。

如图 3 所示，在一个为期 7 年的评估周期中，MP-AES 代替 FAAS 运行，可节省 30 多万美元。成本比较基于以下标准：

- 配备空气压缩机、自动进样器和 1 年用量消耗品的 FAAS
- 配备空气压缩机、SPS 4 自动进样器和 1 年用量消耗品的 MP-AES
- 在方法条件下测量的七种元素
- 基于每周 300 个样品的分析

## 结论

经过简单的微波消解样品前处理步骤，Agilent 4200 MP-AES 即可成为生活污水常量元素和痕量元素分析的理想之选。标准参比物质能得到良好的回收率和精密度。12 小时以上未经重新校准得到的优良稳定性，证明仪器具有出色的耐用性。

与 FAAS 相比，4200 MP-AES 具有多种优势，其中包括：

- 快速连续运行、更低的检测限和更宽动态范围可获得更高的性能，意味着样品通量更高、手动稀释步骤更少
- 使用氮气产生等离子体，安全性提高，运行成本更低
- 简化的工作流程无需更换或优化光源，也无需进行需要添加改性剂或缓冲液的复杂元素特异性样品前处理步骤

除了分析性能优势外，从长远考虑 MP-AES 比 FAAS 的经济效益更大，而经济效益是任何一家实验室打算投资新仪器或更换仪器时的一个重要考虑因素。

查找当地的安捷伦客户中心：  
[www.agilent.com/chem/contactus-cn](http://www.agilent.com/chem/contactus-cn)

免费专线：  
**800-820-3278, 400-820-3278 (手机用户)**

联系我们：  
[LSCA-China\\_800@agilent.com](mailto:LSCA-China_800@agilent.com)

在线询价：  
[www.agilent.com/chem/erfq-cn](http://www.agilent.com/chem/erfq-cn)

**[www.agilent.com](http://www.agilent.com)**

安捷伦对本资料可能存在的错误或由于提供、展示或使用本资料所造成的间接损失不承担任何责任。

本资料中的信息、说明和指标如有变更，恕不另行通知。

© 安捷伦科技（中国）有限公司，2015  
2015年9月14日，中国出版  
出版号：5991-6239CHCN